

Air dan air limbah – Bagian 66: Cara uji tembaga (Cu) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-tungku karbon



© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi..... i

Prakata ii

1 Ruang lingkup..... 1

2 Istilah dan definisi 1

3 Cara uji 2

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu..... 5

5 Rekomendasi..... 5

Lampiran A (normatif) Pelaporan..... 6



Prakata

SNI ini merupakan hasil revisi dari SNI 06-2516-1991, *Metode pengujian kadar tembaga dalam air dengan alat spektrofotometer serapan atom tungku karbon*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater 21 th Edition*, editor L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC (2005). SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, Panitia Teknis *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 4 September 2006 di Serpong serta telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 24 Juli – 24 September 2007.

Dengan ditetapkannya SNI 6989.66:2009 ini, maka penerapan SNI 06-2516-1991, dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



Air dan air limbah – Bagian 66: Cara uji tembaga (Cu) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-tungku karbon

1 Ruang lingkup

Metode pengujian ini digunakan untuk menentukan logam tembaga (Cu) terlarut dan total dalam air dan air limbah secara spektrofotometri serapan atom (SSA)-tungku karbon dengan kisaran 5 µg/L sampai 100 µg/L pada panjang gelombang 324,7 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1

air bebas mineral

air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 1,0 microSiemen/cm

2.2

tembaga terlarut

tembaga dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 µm

2.3

tembaga total

tembaga yang terlarut dan tersuspensi dalam air setelah dilakukan proses pemanasan dengan asam kuat

2.4

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

2.5

larutan asam nitrat 1:1

larutan dibuat dengan melarutkan satu bagian HNO₃ pekat dengan satu bagian air bebas mineral

2.6

larutan induk logam tembaga (Cu)

larutan yang mempunyai kadar logam tembaga 100 mg Cu/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang rendah

2.7

larutan baku logam tembaga (Cu)

larutan induk logam tembaga yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu

2.8

larutan kerja logam tembaga (Cu)

larutan baku logam tembaga yang diencerkan, dan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

2.9

larutan blangko

air bebas mineral yang diperlakukan sama dengan contoh uji

2.10

larutan pengencer

larutan yang digunakan sebagai pengencer dalam pembuatan larutan baku

2.11

larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk mencuci semua peralatan gelas dan plastik

2.12

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

2.14

blind sample

larutan baku dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Ion tembaga disuntikkan ke dalam tungku karbon, lalu diatomisasikan dengan energi elektrotermal dalam tungku karbon, dengan melalui tahap pengeringan, pengabuan dan pengatoman. Tembaga dalam bentuk atom akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan konsentrasi.

3.2 Bahan

- logam tembaga (Cu);
- air bebas mineral;
- asam nitrat (HNO_3) p.a.;
- asam nitrat (HNO_3) 1:1;
- saringan membran berpori 0,45 μm ;
- larutan pencuci HNO_3 0,05 M;
Tambahkan 50 mL asam nitrat pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral ke dalam piala gelas 1000 mL lalu ditambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan.
- larutan pengencer HNO_3 5% (v/v).
Larutan ini dibuat dengan cara melarutkan 1,5 mL HNO_3 pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral.

3.3 Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri atas:

- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) tungku karbon, tabung gas berisi argon (dengan kemurnian tinggi) lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp*, HCL) untuk unsur tembaga dan *graphite tube* atau *pyrolitic tube*.
- labu ukur 100,0 mL; 500,0 mL dan 1000,0 mL.
- pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 20,0 mL dan 50,0 mL;

- d) gelas piala 500 mL;
- e) botol *polyethylene*;
- f) timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g; dan
- g) kaca arloji.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

- | | | |
|---------------------|---|---|
| Wadah | : | Botol Plastik (<i>Polyethylene</i>) |
| Pengawet | : | a) Untuk logam terlarut, saring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diasamkan dengan HNO_3 hingga pH lebih kecil dari 2.
b) Untuk logam total diasamkan dengan HNO_3 hingga pH lebih kecil dari 2 |
| Lama Penyimpanan | : | 6 bulan |
| Kondisi Penyimpanan | : | Suhu ruang |

CATATAN Bila tembaga terlarut yang akan diuji, maka penambahan asam nitrat dilakukan setelah penyaringan.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji tembaga terlarut

Siapkan contoh uji yang telah disaring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diawetkan. Contoh uji siap diukur.

3.5.2 Persiapan contoh uji tembaga total

Siapkan contoh uji untuk pengujian tembaga total, dengan tahapan sebagai berikut:

- a) homogenkan contoh uji, pipet 50,0 mL ke dalam gelas piala 100 mL;
- b) tambahkan ± 5 mL HNO_3 pekat. Kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji dan panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL - 20 mL;
- c) dinginkan larutan contoh uji pada suhu ruang, kemudian bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
- d) pindahkan contoh uji masing-masing ke dalam labu ukur 50 mL (saring bila perlu) tambahkan air bebas mineral sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan;
- e) contoh uji siap diukur responnya.

3.5.3 Pembuatan larutan induk logam tembaga (Cu) 100 mg Cu/L

- a) timbang $\pm 0,100$ g logam tembaga (Cu), larutkan ke dalam 2 mL asam nitrat pekat dan masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL. ($0,100 \text{ g} \approx 100 \text{ mg Cu/L}$). Tambahkan 10 mL HNO_3 1:1 sampai larut;
- b) tambahkan 10 mL asam nitrat pekat dan encerkan dengan air bebas mineral hingga tepat tanda tera, lalu homogenkan;
- c) Hitung kembali konsentrasi sesungguhnya berdasarkan hasil penimbangan.

CATATAN Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar 1000 mg Cu/L siap pakai.

3.5.4 Pembuatan larutan baku logam tembaga (Cu) 10 mg Cu/L

- a) Pipet 10,0 mL larutan induk tembaga 100 mg Cu/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL.

b) Tambahkan larutan pengencer hingga 100 mL lalu homogenkan.

3.5.5 Pembuatan larutan baku logam tembaga (Cu) 1000 µg Cu/L

- Pipet 10,0 ml larutan baku tembaga 10 mg Cu/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL.
- Tambahkan larutan pengencer hingga 100 mL lalu homogenkan.

3.5.6 Pembuatan larutan baku logam tembaga (Cu) 100 µg Cu/L

- Pipet 10,0 mL larutan baku tembaga 1000 µg Cu/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL.
- Tambahkan larutan pengencer hingga 100 mL lalu homogenkan.

3.5.7 Pembuatan larutan kerja logam tembaga (Cu)

Buat deret standar dengan 1 (satu) blanko dan minimal 5 (lima) konsentrasi yang berbeda sesuai dengan kepekaan pengukuran alat dan konsentrasi contoh.

CATATAN Jika menggunakan SSA-tungku karbon yang dilengkapi dengan *auto sampler*, maka pembuatan kurva kalibrasi tidak perlu menggunakan deret standar secara manual seperti pada langkah tersebut di atas.

3.6 Prosedur dan pembuatan kurva kalibrasi

3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi di buat dengan tahapan sebagai berikut:

- optimalkan alat SSA-tungku karbon sesuai petunjuk penggunaan alat;
- suntikkan larutan blanko ke dalam tungku karbon kemudian atur respon hingga nol;
- suntikkan masing-masing larutan kerja ke dalam tungku karbon dan panaskan tungku karbon, lalu catat responnya pada panjang gelombang 324,7 nm;
- buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.c) di atas, atau tentukan persamaan garis lurus;
- bila linieritas kurva kalibrasi (r^2) lebih kecil 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1.c) sampai dengan d).

3.6.2 Pengukuran contoh uji

Uji kadar tembaga dengan tahapan sebagai berikut:

- suntikkan sejumlah contoh uji ke dalam tungku karbon sesuai dengan petunjuk alat;
- ukur responnya pada panjang gelombang 324,7 nm.

3.7 Perhitungan

Konsentrasi logam tembaga (Cu) (µg/L) = $C \times fp$

dengan pengertian:

C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (µg/L);

fp adalah faktor pengenceran.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

- Gunakan bahan kimia berkualitas p.a.
- Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
- Gunakan alat ukur dan alat gelas yang terkalibrasi.
- Gunakan botol gelas dan *polyethylene* yang telah dicuci dengan larutan pencuci.
- Lakukan analisis oleh analis yang kompeten.
- Lakukan pengujian dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.

4.2 Pengendalian mutu

- Koefisien korelasi (r^2) minimum 0,995 dengan intersep lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- Lakukan pengujian blanko untuk kontrol kontaminasi.
- Lakukan pengujian duplo untuk kontrol ketelitian pengujian setiap interval pengukuran tertentu (duplo sebanyak 5% -10% dari jumlah contoh uji).
- Jika koefisien variasi atau standar deviasi relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 10% maka dilakukan pengukuran ulang. Apabila pengukuran ulang menunjukkan koefisien variasi lebih besar atau sama dengan 10% maka ulangi langkah 3.5.2.

Persen temu balik (*recovery percentage*), %R

$$\%R = \frac{A - B}{C} \times 100\%$$

dengan pengertian:

- A adalah kadar contoh uji yang di *spike* ($\mu\text{g/L}$);
- B adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike* ($\mu\text{g/L}$);
- C adalah kadar standar yang di-*spike*-kan (*target value*) ($\mu\text{g/L}$).

5 Rekomendasi

Lakukan kontrol akurasi dengan salah satu cara di bawah ini:

- Analisis *blind sample*.
- Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis *spike matrix* dengan kisaran persen temu balik adalah 90% - 110%.
- Buat kurva kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- a) Tanggal penerimaan contoh uji.
- b) Nomor contoh uji.
- c) Parameter yang dianalisis.
- d) Nama analis.
- e) Tanggal analisis.
- f) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
- g) Rekaman kurva kalibrasi.
- h) Batas deteksi.
- i) Rekaman hasil perhitungan.
- j) Hasil pengukuran persen *spike matrix* dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
- k) Kadar analit dalam contoh uji.







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id